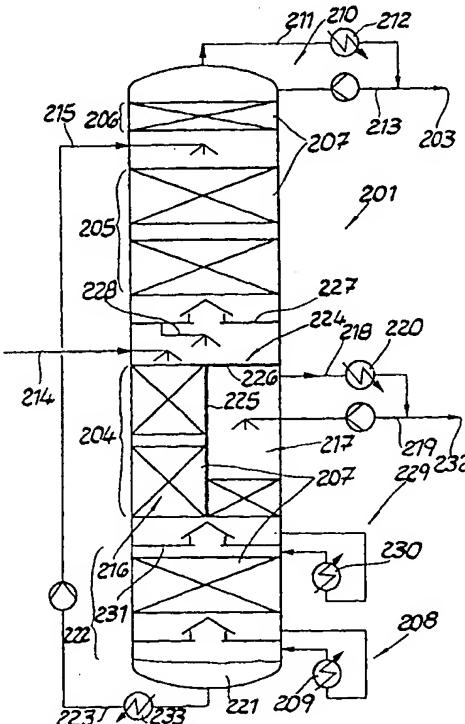




(51) Internationale Patentklassifikation <sup>7</sup> :  B01D 3/40, 3/36		A1	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 00/25881  (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 11. Mai 2000 (11.05.00)			
(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP99/07285	(81) Bestimmungsstaaten: AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DK, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).					
(22) Internationales Anmeldedatum: 1. Oktober 1999 (01.10.99)						
(30) Prioritätsdaten: 198 49 651.6 29. Oktober 1998 (29.10.98) DE						
(71) Anmelder ( <i>für alle Bestimmungsstaaten ausser US</i> ): KRUPP UHDE GMBH [DE/DE]; Friedrich-Uhde-Strasse 15, D-44141 Dortmund (DE).			Veröffentlicht <i>Mit internationalem Recherchenbericht.</i>			
(72) Erfinder; und						
(75) Erfinder/Anmelder ( <i>nur für US</i> ): EMMRICH, Gerd [DE/DE]; Kamperfeld 21, D-45133 Essen (DE). KOLBE, Bärbel [DE/DE]; Albertstrasse 14, D-58452 Witten (DE). GEHRKE, Helmut [DE/DE]; Helmstrasse 22, D-45131 Essen (DE). ENNENBACH, Frank [DE/DE]; Windmühlenstrasse 39, D-45147 Essen (DE). RANKE, Uwe [DE/DE]; Dreilindenstrasse 73, D-45128 Essen (DE).						
(74) Anwalt: ALBRECHT, Rainer; Andrejewski, Honke & Sozien, Postfach 10 02 54, D-45002 Essen (DE).						
(54) Title: RECTIFYING COLUMN FOR EXTRACTIVE DISTILLATION OF CLOSE-BOILING OR AZEOTROPIC BOILING MIXTURES						
(54) Bezeichnung: REKTIFIZIERKOLONNE FÜR DIE EXTRAKTIVDESTILLATION VON ENG- ODER AZEOTROP SIEDENDEN GEMISCHEN						
(57) Abstract						
<p>The invention relates to a rectifying column for extractive distillation, comprising a column main section (204) and a raffinate section (205) above said main section, an evaporator (208) situated on the lower end of the column, an inlet (214) disposed between the main section of the column and the raffinate section and a solvent inlet (215) arranged on the top side of the raffinate section (205) for feeding an extracting agent. According to the invention, the main section (204) has two chambers (216, 217) connected in parallel. A stripping section (222) is disposed between the bottom of the column (221) and the main section (204), in which concentration of the extracting agent occurs from the top down. The bottom (221) is connected to the solvent inflow (215) by a device (223) for recycling the extracting agent.</p>						
(57) Zusammenfassung						
<p>Gegenstand der Erfindung ist eine Rektifizierkolonne für die Extraktivdestillation mit einem Kolonnenhauptabschnitt (204) und einer Raffinatsektion (205) oberhalb des Kolonnenhauptabschnittes, einer Verdampfungsseinrichtung (208) am unteren Säulenende, mit einem Zulauf (214) zwischen dem Kolonnenhauptabschnitt und der Raffinatsektion und mit einem Lösungsmittelzulauf (215) an der Oberseite der Raffinatsektion (205) für eine Extraktionsmittelzulaufgabe. Der Kolonnenhauptabschnitt (204) weist erfindungsgemäß zwei parallel geschaltete Kammern (216, 217) auf. Zwischen dem Kolonnenzumpf (221) und dem Kolonnenhauptabschnitt (204) ist ein Kolonnenabtriebsteil (222) angeordnet, in dem von oben nach unten eine Aufkonzentrierung des Extraktionsmittels erfolgt. Der Kolonnenzumpf (221) ist durch eine Einrichtung (223) zur Extraktionsmittelrückführung mit dem Lösungsmittelzulauf (215) verbunden.</p>						



**LEDIGLICH ZUR INFORMATION**

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slovakci
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidschan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Paso	GR	Griechenland	ML	Mali	TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	MN	Mongolei	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MR	Mauretanien	UA	Ukraine
BR	Brasiliien	IL	Israel	MW	Malawi	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MX	Mexiko	US	Vereinigte Staaten von Amerika
CA	Kanada	IT	Italien	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NL	Niederlande	VN	Vietnam
CG	Kongo	KE	Kenia	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NZ	Neuseeland	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	PL	Polen		
CM	Kamerun	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CN	China	KZ	Kasachstan	RO	Rumänien		
CU	Kuba	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
CZ	Tschechische Republik	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DE	Deutschland	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
DK	Dänemark	LR	Liberia	SG	Singapur		
EE	Estland						

Rektifizierkolonne für die Extraktivdestillation von  
eng- oder azeotrop siedenden Gemischen

5 Die Erfindung betrifft eine Rektifizierkolonne für die Extraktivdestillation von eng- oder azeotrop siedenden Gemischen mit

10 einem Kolonnenhauptabschnitt und einer Raffinat-  
sektion oberhalb des Kolonnenhauptabschnittes,

einer Verdampfungseinrichtung am unteren Säulenende mit mindestens einem Verdampfer,

15 einer Anordnung am Kopf der Kolonne mit Raffinat-  
abzug, Kondensator und einer Einrichtung für eine Teilrückführung des im Kondensator verflüssigten Raffinats,

20 einem Zulauf zwischen dem Kolonnenhauptabschnitt und der Raffinatsektion für die Aufgabe eines zu trennenden Ausgangsgemisches und

25 einem Lösungsmittelzulauf an der Oberseite der Raffinatsektion für die Aufgabe von Extraktionsmittel.

Bekannte Anlagen für die Extraktivdestillation weisen neben der beschriebenen Kolonne eine weitere Rektifizierkolonne auf, in der das aus der ersten Kolonne abgezogene 30 Sumpfprodukt in reines Extraktionsmittel und einen reinen Produktstrom aufgetrennt wird (ULLMANN Enzyklopädie der technischen Chemie, Band 2, 4. Auflage, Seite 511; EP-B 0 216 991). Das Extraktionsmittel fällt im Sumpf der

zweiten Kolonne an und wird dem Lösungsmittelzulauf der ersten Kolonne wieder zugeführt. Am Kopf der zweiten Kolonne wird ein reiner Produktstrom, im folgenden auch Extrakt genannt, abgezogen. Die im Rahmen der bekannten 5 Maßnahmen für die Rückgewinnung des Extraktionsmittels erforderliche zweite Kolonne weist einen als Auftriebsteil mit mehreren theoretischen Trennböden ausgelegten Kolonnenabschnitt oberhalb des Zulaufes, einen als Abtriebsteil ausgelegten Kolonnenschuß unterhalb des Zu-10 laufes, eine Sumpfbeheizung sowie eine Anordnung am Kopf der Kolonne mit Produktabzug, Kondensator und einer Einrichtung für eine Teilrückführung des im Kondensator verflüssigten Produktes auf.

15 Der Platzbedarf für die Aufstellung einer Anlage mit zwei Kolonnen einschließlich der dazu gehörenden Vorrohrung ist beachtlich und steht zuweilen nicht zur Verfügung, wenn sie in einer bereits vorhandenen Chemieanlage errichtet werden muß.

20 Aus DE-A-33 27 952 ist eine Rektifizierkolonne für die Extraktivdestillation bekannt, mit der die Trennung eines azeotropen Zweistoffgemisches in seine Einzelkomponenten möglich ist. Sie weist einen Kolonnenhauptabschnitt mit 25 zwei parallel geschalteten Kammern auf, wobei eine Kammer oberseitig und unterseitig offen ist und als Abtriebsteil für die Abtrennung des Raffinats aus dem extraktionsmittelhaltigen Gemisch ausgelegt werden kann. Die andere Kammer ist oberseitig gegenüber dem Innenraum der Kolonne geschlossen und lediglich unterseitig offen. An einem Seitenabzug dieser Kammer ist ein im wesentlichen extraktionsmittelfreies Produkt abziehbar. Der Kolonnensumpf am 30

unteren Säulenende ist ferner durch eine Einrichtung zur Extraktionsmittelrückführung mit dem Lösungsmittelzulauf verbunden.

5 Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Rektifizierkolonne des aus DE-A-33 27 952 bekannten Aufbaus so weiter auszubilden, daß beide Kammern mit den für die Trennaufgaben erforderlichen Strippdampfmengen beaufschlagbar sind und das Extraktionsmittel mit hoher Reinheit aus dem Kolonnensumpf zum Lösungsmittelzulauf 10 zurückgeführt werden kann.

Gegenstand der Erfindung und Lösung dieser Aufgabe ist eine Rektifizierkolonne für die Extraktivdestillation von 15 eng- oder azeotrop siedenden Gemischen mit

einem Kolonnenhauptabschnitt, der zwei parallel geschaltete Kammern aufweist,

20 einer Raffinatsektion oberhalb des Kolonnenhauptabschnittes,

einer Verdampfungseinrichtung am unteren Säulenende mit mindestens einem Verdampfer,

25 einer Anordnung am Kopf der Kolonne mit Raffinatabzug, Kondensator und einer Einrichtung für eine Teilrückführung des im Kondensator verflüssigten Raffinats,

einem Zulauf zwischen dem Kolonnenhauptabschnitt und der Raffinatsektion für die Aufgabe eines zu trennenden Ausgangsgemisches und

5 einem Lösungsmittelzulauf an der Oberseite der Raffinatsektion für die Aufgabe von Extraktionsmittel,

wobei eine Kammer des Kolonnenhauptabschnittes oberseitig und unterseitig offen ist, Einbauten zur Verbesserung des  
10 Stoffaustausches enthält und als Abtriebsteil mit mehreren theoretischen Trennstufen für die Abtrennung des Raffinats aus dem extraktionsmittelhaltigen Gemisch ausgelegt ist, wobei die andere Kammer oberseitig gegenüber dem Innenraum der Kolonne geschlossen und unterseitig  
15 offen ist, Einbauten zur Förderung des Stoffaustausches enthält und in einem Raum oberhalb der Einbauten Einrichtungen für den dampfförmigen Abzug eines im wesentlichen extraktionsmittelfreien Produktes sowie für den Rückfluß eines verflüssigten Produktteilstromes aufweist,  
20 und wobei der Kolonnensumpf am unteren Säulenende durch eine Einrichtung zur Extraktionsmittelrückführung mit dem Lösungsmittelzulauf verbunden ist und wobei erfindungsgemäß ferner folgende Merkmale verwirklicht sind:

25 - Zwischen dem Kolonnensumpf und dem Kolonnenhauptabschnitt ist ein Kolonnenabtriebsteil mit mehreren theoretischen Trennstufen angeordnet, in dem von oben nach unten eine Aufkonzentrierung des Extraktionsmittels erfolgt;

- unterhalb des Kolonnenhauptabschnittes ist ein gasdurchlässiger Fangboden angeordnet, dessen Flüssigkeitsablauf an einen Durchlauferhitzer zur Beheizung der aus den beiden Kammern des Kolonnenhauptabschnittes ablaufenden Flüssigkeit angeschlossen ist;
- das aus dem Durchlauferhitzer austretende erhitzte Gemisch ist unterhalb des Fangbodens dem Abtriebs- teil der Kolonne zuführbar.

10

Gemäß einer bevorzugten Ausführung der Erfindung erfolgt die Beheizung des Durchlauferhitzers im Wärmeaustausch mit dem aus dem Kolonnensumpf abgezogenen Extraktionsmittelstrom.

15

Die erfindungsgemäße Lehre reduziert die Extraktivdestillationsanlage auf eine einzige Kolonne, in der Kolonnenabschnitte für die Rückgewinnung des Extraktionsmittels sowie für die Anreicherung des Extraktes integriert sind. Das Extraktionsmittel wird oberhalb der Raffinatsektion aufgegeben. Ein Teil der Komponenten des Ausgangsgemisches geht bevorzugt als Extrakt in Lösung und wird von dem Extraktmittelstrom in der Raffinatsektion ausgewaschen. Der andere Teil des Ausgangsgemisches geht dampfförmig als Raffinat zum Kolonnenkopf. In der oberseitig und unterseitig offenen Kammer des Kolonnenhauptabschnittes wird der gelöste Raffinatanteil durch Dampfstripping abgereichert. An der Unterseite dieser Kammer tritt ein Gemisch aus, welches im wesentlichen aus dem Extraktionsmittel und dem darin gelösten Extrakt besteht und zumeist nur noch Spuren des gelösten Raffinats enthält. In dem darunter angeordneten Kolonnenabtriebsteil

wird das Extrakt aus dem Extraktionsmittel durch Dampfstripping abgetrieben. Ein Teilstrom der in der Kolonne aufsteigenden Dämpfe tritt in die unterseitig und oberseitig offene Kammer des Kolonnenhauptabschnittes ein und 5 strippt hier das Raffinat. Ein anderer Teilstrom tritt in die zweite, oberseitig gegenüber dem Innenraum der Kolonne geschlossene Kammer des Kolonnenhauptabschnittes ein. In dieser Kammer, im folgenden auch Produktsektion genannt, wird das Extraktionsmittel, welches entsprechend 10 dem Lösungsmittelpartialdruck zusammen mit den Produktdämpfen aufsteigt, durch Produktrückfluß abgereichert und mit dem Produktrückfluß in den Kolonnenabtriebsteil geführt. Im Sumpf der Kolonne fällt das Extraktionsmittel im wesentlichen in reiner Form an. Es wird gekühlt und 15 dem Lösungsmittelzulauf oberhalb der Raffinatsektion wieder zugeführt.

Im Rahmen der Erfindung liegt es, daß der Kolonnenhauptabschnitt aus zwei selbständigen, im wesentlichen neben- 20 einander angeordneten Kolonnenschüssen besteht, die an ihrem unteren Ende durch einen Verteiler an den Kolonnenabtriebsteil angeschlossen sind. Vorzugsweise ist der Kolonnenhauptabschnitt jedoch als zylindrischer Kolonnenschuß ausgebildet, der zwischen einem die Raffinatsektion bildenden Kolonnenabschnitt und dem Kolonnen- 25 abtriebsteil eingebaut ist und einen Einsatz enthält, der die oberseitig geschlossene Kammer bildet. Der Einsatz kann zylindrisch ausgebildet und mittig angeordnet sein. Konstruktiv einfacher und bevorzugt ist jedoch eine 30 Lösung, bei der der Einsatz aus einer an den Mantel des Kolonnenschusses angeschlossenen, in Längsrichtung der Kolonne sich erstreckenden Trennwand sowie einer Ab-

deckung, die an die Trennwand und einen Mantelabschnitt des Kolonnenschusses angeschlossen ist, besteht. Die Trennwand teilt den Querschnitte des Kolonnenschusses in zwei Sektionen. Die Aufteilung der Sektionen richtet sich  
5 nach der erforderlichen Aufteilung des aufsteigenden Dampfes auf die beiden Kammern.

Zwischen der Raffinatsektion und dem Kolonnenhauptabschnitt ist zweckmäßig ein gasdurchlässiger Fangboden  
10 für Flüssigkeit vorgesehen, wobei an den Fangboden ein Flüssigkeitsverteiler angeschlossen ist, der die ablaufende Flüssigkeit auf die Einbauten der oberseitig offenen Kammer des Kolonnenhauptabschnittes aufgibt.

15 Die erfindungsgemäße Rektifizierkolonne kann oberhalb der Raffinatzone einen Kolonnenabschnitt zur Raffinatreinigung aufweisen, der sich von dem Lösungsmittelzulauf bis zum Kopf der Kolonne erstreckt und üblicherweise mehrere theoretische Trennstufen aufweist.

20 Die erfindungsgemäße Rektifizierkolonne ermöglicht eine Extraktivdestillation auf engem Raum. Dies ist z.B. vorteilhaft, wenn in einer bestehenden Chemieanlage unter beengten Platzverhältnissen eine zusätzliche Extraktiv-  
25 destillationsanlage zur Erweiterung der Produktionskapazitäten errichtet werden muß. Überraschenderweise wurde festgestellt, daß die erfindungsgemäße Rektifizierkolonne nicht nur einen wesentlich geringeren Platzbedarf erfordert als eine nach dem Stand der Technik ausgebildete  
30 Anlage mit zwei Kolonnen, sondern auch der Energiebedarf bei gleicher Durchsatzkapazität, Produktreinheit und

Produktausbeute deutlich sinkt. Dies wird anhand der nachfolgenden Ausführungsbeispiele deutlich.

5 Im folgenden wird die Erfindung anhand einer lediglich ein Ausführungsbeispiel darstellenden Zeichnung erläutert. Es zeigen

10 Fig. 1 zunächst ein Anlagenschema nach dem Stand der Technik für die Extraktivdestillation von engsiedenden oder azeotrop siedenden Gemischen,

Fig. 2 eine erfindungsgemäße Rektifizierkolonne für die Extraktivdestillation,

15 Fig. 3 eine weitere Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne.

Eine Anlage nach dem Stand der Technik für die Extraktivdestillation von engsiedenden oder azeotrop siedenden 20 Gemischen besteht aus zwei miteinander verschalteten Kolonnen 101, 102 (Fig. 1). Die erste Kolonne 101, in der ein Kopfprodukt 103 in reiner Form abgetrennt wird, weist von unten nach oben einen Kolonnenhauptabschnitt 104, eine Raffinatsektion 105 sowie einen Kolonnenabschnitt 25 106 für die Raffinatreinigung auf. Die Kolonnenabschnitte enthalten Einbauten 107 zur Förderung des Stoffaustausches zwischen Dampf- und Flüssigphase, z.B. in Form von Strukturpackungen. Die Einbauten 107 bilden jeweils mehrere theoretische Trennstufen. Am unteren Säulenende 30 ist eine Verdampfungseinrichtung 108 mit im Ausführungsbeispiel zwei übereinander angeordneten Durchlaufverdampfern 109 vorgesehen. Der Kolonnenkopf weist eine

Anordnung 110 mit Raffinatabzug 111, Kondensator 112 sowie eine Einrichtung 113 für eine Teilrückführung des im Kondensator 112 verflüssigten Raffinats auf.

5 Ein zu trennendes Kohlenwasserstoffgemisch, z.B. ein Gemisch aus Aromaten/Nichtaromaten, Olefinen/Paraffinen oder Olefinen/Paraffinen/Diolefinen, wird über einen zwischen dem Kolonnenhauptabschnitt 104 und der Raffinatsektion 105 angeordneten Zulauf 114 der Kolonne zugeführt. Ein Extraktionsmittel, z.B. ein polares Lösungsmittel zur Trennung von Kohlenwasserstoffgemischen, wird über einen Lösungsmittelzulauf 115 an der Oberseite der Raffinatsektion 105 aufgegeben. Am Kopf der Kolonne wird ein aromaten- bzw. olefin/diolefinarmes Kopfprodukt 10 15 (Raffinat) dampfförmig abgezogen, in dem Kondensator 112 mit Wasser kondensiert und heruntergekühlt. Ein Teil des Kondensats wird zurück auf die Kolonne 101 gegeben und dient dort zur Rückwaschung von Spuren des Extraktionsmittels, welches gemäß seinem Partialdruck die Kolonne 20 20 101 mit dem Raffinat verläßt. Die Dämpfe, welche sowohl zur Verdampfung des Raffinats als auch Stripping der Verunreinigungen im Unterteil der Kolonne benötigt werden, werden mittels der elektrisch beheizten Verdampfer 109 erzeugt. Im Sumpf der Kolonne 101 fällt ein 25 Gemisch an, welches im wesentlichen aus dem Extraktionsmittel und Aromaten, Olefinen oder Diolefinen besteht. Das Sumpfgemisch wird über eine Leitung 116 in die zweite Kolonne 102, im folgenden Stripperkolonne genannt, geleitet. Die Stripperkolonne 102 weist einen Auftriebsteil 30 30 25 oberhalb des Zulaufes 116 sowie einen Abtriebsteil 118 unterhalb des Zulaufes 116 auf und enthält ebenfalls Einbauten 107 zur Förderung des Stoffaustausches, z.B.

Strukturpackungen. Die Stripperkolonne 102 ist mit einer Sumpfbeheizung 119 ausgerüstet und weist eine kopfseitige Anordnung 120 auf, um dampfförmiges Kopfprodukt abzu ziehen, zu kondensieren und einen Teil des Kopfproduktes 5 in die Kolonne 102 zurückzuführen. Die Sumpfbeheizung 119, die z.B. aus zwei Zwangsdurchlaufverdampfern be steht, verdampft das abzutrennende Kohlenwasserstoff produkt und einen Teil des Extraktionsmittels. Die Dämpfe verlassen die Kolonne über eine Leitung 121, werden in 10 einen nachgeschalteten Kondensator 122 mit Wasser kon densiert und heruntergekühlt. Ein Teil des Kondensates wird über eine Rückflußleitung 123 der Kolonne 102 wieder aufgegeben und dient dort zur Rückwaschung von Extraktionsmittelsspuren. Der Rest wird über eine Leitung 124 15 als Reinprodukt abgegeben. Das abgetriebene Extraktions mittel wird am Sumpf der Stripperkolonne 102 abgezogen, in einem Wärmetauscher 125 mit Wasser auf eine für die Extraktivdestillation notwendige Temperatur herunterge kühlt und über eine Extraktionsmittelrückführung 126 20 wieder in die erste Kolonne 101 zurückgeführt.

Die in Fig. 2 dargestellte erfindungsgemäße Rektifizier kolonne 201 weist ebenfalls von unten nach oben einen Kolonnenhauptabschnitt 204, eine Raffinatsektion 205 25 sowie oberhalb der Raffinatsektion einen Kolonnenab schnitt 206 zur Raffinatreinigung auf. Die Kolonnenab schnitte 204, 205, 206 enthalten Einbauten 207 zur Förderung des Stoffaustausches zwischen Dampf- und Flüssigphase, z.B. Strukturpackungen. Am unteren Säulen ende ist eine Verdampfungseinrichtung 208 mit mindestens 30 einem Verdampfer 209 vorgesehen. Am Kopf der Kolonne erkennt man eine Anordnung 210 mit Raffinatabzug 211,

Kondensator 212 sowie eine Einrichtung 213 für eine Teilrückführung des im Kondensator 212 verflüssigten Raffinats. Das zu trennende Stoffgemisch, z.B. ein Aromaten/Nichtaromatengemisch, Olefin/Paraffingemisch oder 5 Olefin/Paraffin/Diolefingemisch, wird über eine Zulauf 214 zwischen dem Kolonnenhauptabschnitt 204 und der Raffinatsektion 205 aufgegeben. Die Zugabe von Extraktionsmittel erfolgt durch einen Lösungsmittelzulauf 215 an der Oberseite der Raffinatsektion 205. Insoweit 10 entspricht der Aufbau der Rektifizierkolonne 201 dem Stand der Technik.

Erfindungsgemäß weist der Kolonnenhauptabschnitt 204 zwei parallel geschaltete Kammern 216, 217 auf. Eine Kammer 15 216 ist oberseitig und unterseitig offen, enthält Einbauten 207 zur Verbesserung des Stoffaustausches zwischen Dampf- und Flüssigphase und ist als Abtriebsteil mit mehreren theoretischen Trennstufen für die Abtrennung des Raffinats aus dem extraktionsmittelhaltigen Gemisch ausgelegt. Die andere Kammer 217 ist oberseitig geschlossen und unterseitig offen. Sie enthält ebenfalls Einbauten 207 zur Förderung des Stoffaustausches zwischen Dampf- und Flüssigphase. In einem Raum oberhalb der Einbauten 207 sind Einrichtungen für den dampfförmigen Produktabzug 20 25 eines im wesentlichen extraktionsmittelfreien Extraktes sowie den Rückfluß eines in einem Kondensator 220 verflüssigten Produktteilstromes vorgesehen. Erfindungsgemäß ist ferner zwischen dem Kolonnensumpf 221 und dem Kolonnenhauptabschnitt 204 ein Kolonnenabtriebsteil 222 angeordnet, in dem von oben nach unten eine Aufkonzentrierung des Extraktionsmittels erfolgt. Der Kolonnen- 30 abtriebsteil 222 enthält Einbauten 207, die mehrere

theoretische Trennstufen bilden. Der Kolonnensumpf 221 ist durch eine Einrichtung zur Extraktionsmittelrückführung 223 mit dem Lösungsmittelzulauf 215 verbunden.

5 Der Kolonnenhauptabschnitt 204 ist als zylindrischer Kolonnenschuß ausgebildet, der zwischen einem die Raffinatsektion 205 bildenden Kolonnenabschnitt und dem Kolonnenabtriebsteil 222 eingebaut ist und einen Einsatz 224 enthält, der die oberseitig geschlossene Kammer 217 bildet. Der Einsatz 224 besteht im Ausführungsbeispiel aus einer an den Mantel des Kolonnenschusses angeschlossenen, in Längsrichtung der Kolonne sich erstreckenden Trennwand 225 sowie einer Abdeckung 226, die an die Trennwand 225 und einen Mantelabschnitt des Kolonnen-15 schusses angeschlossen ist. Oberhalb des Kolonnenhauptabschnittes 204 ist ein gasdurchlässiger Fangboden 227 für Flüssigkeit angeordnet. Die auf dem Fangboden 227 sich sammelnde Flüssigkeit wird über einen Flüssigkeitsverteiler 228 auf die Einbauten 207 der oberseitig offen 20 Kammer 216 des Kolonnenhauptabschnittes 204 aufgegeben, und zwar zusammen mit dem Ausgangsgemisch, welches über den Zulauf 214 zugeführt wird.

25 Zwischen dem Kolonnenabtriebsteil 222 und dem Kolonnenhauptabschnitt 204 ist eine Einrichtung 229 zur Beheizung der aus den beiden Kammern 216, 217 des Kolonnenhauptabschnittes 204 ablaufenden Flüssigkeit angeordnet. Sie weist einen Durchlauferhitzer 230 auf. Unterhalb des Kolonnenhauptabschnittes 204 ist ein gasdurchlässiger 30 Fangboden 231 mit einem an den Durchlauferhitzer 230 angeschlossenen Flüssigkeitsablauf angeordnet. Das aus dem Durchlauferhitzer 230 austretende erhitzte Gemisch

ist unterhalb des Fangbodens 231 dem Abtriebsteil 222 der Kolonne zuführbar.

Der obere Kolonnenabschnitt 206, der sich von dem 5. Lösungsmittelzulauf 215 bis zum Kopf der Kolonne 201 erstreckt, dient der Raffinatreinigung. Flüssiges Rücklaudraffinat wird am Kopf aufgegeben, wobei im Stoffaustausch mit dem aufsteigenden Dampf Extraktionsmittelreste aus dem Dampfstrom abgeschieden werden. Am unteren 10 Ende dieses Kolonnenabschnittes 206 fällt ein mit Extraktionsmittel beladenes Raffinat flüssig an, welches mit dem über den Lösungsmittelzulauf 215 zugeführten Extraktionsmittel gemischt und in die Raffinatsektion 205 eingeleitet wird. Die an der Unterseite der Raffinatsektion 205 ablaufende Flüssigkeit wird zusammen mit dem 15 zu trennenden Aufgabegemisch 214 auf die oberseitig und unterseitig offene Kammer 216, welche den Abtriebsteil des Kolonnenhauptabschnittes 204 bildet, aufgegeben. Die aus dem Abtriebsteil 216 des Kolonnenhauptabschnittes 204 20 unterseitig austretende Flüssigkeit besteht im wesentlichen aus Extraktionsmittel und dem mit dem Extraktionsmittel mitgeführten Extrakt, z.B. Aromaten, Olefinen, Diolefinen. Sie wird mit dem aus der zweiten Kammer 217 des Kolonnenhauptabschnittes 204 unterseitig austretenden 25 Flüssigkeit, die einen geringeren Extraktionsmittelgehalt aufweist, gemischt und nach Wärmezufuhr mittels der Einrichtung 229 in den sich unterseitig anschließenden Kolonnenabtriebsteil 222 eingeleitet. Durch Stoffaustausch mit aufsteigendem Dampf fällt ein Sumpfprodukt an, 30 welches aus im wesentlichen reinen Extraktionsmittel besteht. Der aus dem Kolonnenabtriebsteil 222 aufsteigende, mit Extrakt angereicherte Dampf tritt in einem Teilstrom

in die oberseitig und unterseitig offene Kammer 216 des Kolonnenhauptabschnittes 204 ein und dient hier zur Stripping des Raffinats. Der andere Teil durchströmt die oberseitig geschlossene Kammer 217 des Kolonnenhauptabschnittes 204, wobei im Stoffaustausch mit flüssigem Kopfprodukt 219 Extraktionsmittelreste aus dem Dampf abgetrennt werden. Ein im wesentlichen reiner Extraktionsdampf wird am oberen Ende der Kammer 217 mittels der Leitung 218 abgezogen und im Kondensator 220 verflüssigt.

5 Ein Teilstrom wird über die Rückflußleitung 219 der Kolonne 201 wieder aufgegeben, der andere Teil in der Produktleitung 232 abgeführt. Das am unteren Säulenende im wesentlichen in reiner Form anfallende Extraktionsmittel wird durch einen dem Kolonnensumpf 221 zugeordneten Verdampfer 209 geführt, wobei ein Teilstrom verdampft wird und als Dampf in den Kolonnenabtriebsteil 222 aufsteigt. Aus dem Kolonnensumpf 221 wird flüssiges Extraktionsmittel abgezogen, in einem Wärmetauscher 233 mit Kühlwasser auf die für die Trennaufgabe notwendige

10 Temperatur heruntergekühlt und über den Lösungsmittelzulauf 215 wieder in die Kolonne 201 eingespeist.

15

20

Bei der in Fig. 3 dargestellten Ausführung der erfundungsgemäßen Rektifizierkolonne erfolgt die Beheizung des Durchlauferhitzers 230 im Wärmeaustausch mit dem aus dem Kolonnensumpf 221 abgezogenen Extraktionsmittelstrom. In einem nachgeschalteten Wärmetauscher 233 wird das flüssige Extraktionsmittel anschließend weiter auf die für die Trennaufgabe notwendige Temperatur heruntergekühlt und über den Lösungsmittelzulauf 215 wieder in die Kolonne 201 eingespeist.

25

30

Für die erfindungsgemäße Rektifizierkolonne ergeben sich vielfältige Einsatzmöglichkeiten. Als Aufgabeprodukt können Fraktionen des vollhydrierten Pyrolysebenzins, katalytischen Reformates oder druckraffiniertem Kokerei-  
5 benzols eingesetzt werden. C<sub>4</sub>-Fraktionen von Steamcrackern oder FCC-Crackern können zur Gewinnung von Butadien und/oder Butenen eingesetzt werden. Aus C<sub>5</sub>-Fraktionen von Steamcrackern oder FCC-Crackern können mittels der erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne Isopren  
10 und/oder Piperylen gewonnen werden. Mit Hilfe polarer Lösungsmittel als Extraktionsmittel können aus C<sub>6</sub>-Fraktionen von vollhydriertem Pyrolysebenzin, Reformat oder druckraffiniertem Kokereibenzol hochreines Benzol gewonnen werden. Aus C<sub>6</sub>/C<sub>7</sub>-Fraktionen von vollhydriertem  
15 Pyrolysebenzin, Reformat oder druckraffiniertem Kokerei- benzol lassen sich hochreines Benzol und Toluol mit Nitrierqualität unter Verwendung der erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne gewinnen. Aus C<sub>6</sub>/C<sub>7</sub>/C<sub>8</sub>-Fraktionen von vollhydriertem Pyrolysebenzin, Reformat oder druckraffi-  
20 niertem Kokereibenzol, sind mittels der erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne hochreines Benzol, Toluol mit Nitrier- qualität und C<sub>8</sub>-Aromaten darstellbar. Aus der C<sub>8</sub>-Fraktion von Rohpyrolysebenzin kann schließlich Styrol mit Polymerisationsqualität gewonnen werden. Als Extraktions-  
25 mittel zur Trennung von Kohlenwasserstoffen eignen sich polare Lösungsmittel. In der Praxis bewährte Extraktions- mittel für Extraktivdestillationen, die auch beim Betrieb der erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne zum Einsatz kommen können, sind Sulfolan, N-Methylpyrrolidon, Di-  
30 methylacetamid, Acetonitril, Dimethylsulfoxid, Dimethyl- formamid, Ethylenglykole sowie Mischungen der vorstehend genannten Stoffe. Als Extraktionsmittel können ferner

Morpholin bzw. N-substituierte Morpholine, ggf. auch in Mischungen mit den vorstehend genannten Extraktionsmitteln, verwendet werden. Schließlich kann den genannten Extraktionsmitteln auch Wasser zugesetzt werden.

5

#### Vergleichsversuche

Mit der in Fig. 1 dargestellten Anlage und der in Fig. 2 dargestellten Rektifizierkolonne wurden Vergleichsver-  
10 suchen durchgeführt. Die beiden Kolonnen 101, 102 der nach dem Stand der Technik gemäß Fig. 1 ausgebildeten Anlage besaßen einen Durchmesser von jeweils 72 mm und ent-  
hielten Strukturpackungen. Die Packungshöhe in der ersten, extraktiv arbeitenden Destillationskolonne 101  
15 betrug insgesamt 5,5 m mit folgender Aufteilung der Strukturpackungen:

Kolonnenhauptabschnitt (104):	3 m Packungshöhe
Raffinatsektion (105):	2 m Packungshöhe
20 Kolonnenabschnitt (106) oberhalb der Raffinatzone:	0,5 m Packungshöhe.

Die Stripperkolonne 102 enthielt eine Strukturpackung mit einer Gesamthöhe von 3 m, wobei 1 m Packungshöhe auf den  
25 Abtriebsteil 118 und 2 m Packungshöhe auf den Auftriebs-  
teil 117 entfielen.

Die erfindungsgemäß entsprechend der Fig. 2 ausgebildete Rektifizierkolonne 201 besaß ebenfalls einen Kolonnen-  
30 durchmesser von 72 mm und war mit Strukturpackungen aus-  
gerüstet, die auf die Kolonnenabschnitte wie folgt auf-  
geteilt waren:

	Kolonnenabtriebsteil (222):	1 m Packungshöhe
	Abtriebsteil des Kolonnen- hauptabschnittes (216):	3 m Packungshöhe
5	Parallele Kammer (217) des Kolonnenhauptabschnittes:	2 m Packungshöhe
	Raffinatsektion (205):	2 m Packungshöhe
	Oberer Kolonnenabschnitt (206) zur Raffinatreinigung:	0,5 m Packungshöhe.

10

Beispiel 1:

Untersucht wurde die Gewinnung von Reinbenzol aus einem C<sub>6</sub>-Schnitt aus vollhydriertem Pyrolysebenzin. Das Auf-  
15 gabegemisch hatte folgende Zusammensetzung:

	C <sub>5</sub> -Paraffine	0,04 Gew.-%
	Cyclopentan	3,49 Gew.-%
	C <sub>6</sub> -Paraffine	14,34 Gew.-%
20	Methylcyclopentan	10,15 Gew.-%
	Benzol	63,02 Gew.-%
	Cyclohexan	3,93 Gew.-%
	C <sub>7</sub> -Paraffine	3,49 Gew.-%
	Dimethylcyclopentane	1,34 Gew.-%
25	Methycyclohexan	0,20 Gew.-%
	Toluol	<0,01 Gew.-%
	Summe	100,00 Gew.-%

30 Als selektives Lösungsmittel wurde N-Formylmorpholin verwendet. Die nachfolgende Tabelle zeigt in einer vergleichenden Darstellung die Ergebnisse der Extraktiv-destillation in einer Anlage (I) nach dem Stand der

Technik mit zwei Kolonnen und in der erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne (II). Angeben sind die Stoffströme, die Heizleistung, Benzolausbeute und Produktreinheit. Bei nahezu identischen Werten für die Produktausbeute und die 5 Produktreinheit fordert der Betrieb der erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne eine um 16,3 % deutlich kleinere Heizleistung im Vergleich zu der Heizleistung der nach dem Stand der Technik ausgeführten Anlage.

10

Beispiel 1		I	II
Aufgabemenge	kg/h	3,49	3,50
Extraktionsmittelaufgabe	kg/h	12,00	12,00
Raffinatmenge (Leitung 103, 203)	kg/h	1,32	1,31
Raffinatrückfluß	kg/h	0,65	0,66
Produktmenge (Leitung 124, 232)	kg/h	2,17	2,19
Produktrückfluß	kg/h	1,09	0,55
Heizleistung für die Kolonne 101	W	394	
Heizleistung für die Stripperkolonne 102	W	566	
Summe Heizleistung für beide Kolonnen	W	960	
Heizleistung für die erfindungsgemäße Kolonne 201	W		804
Verringerung der Heizleistung bei Verwendung der erfindungsgemäßen Kolonne im Vergleich zur konventionellen Kolonnenschaltung	%		16,3
Benzolausbeute	%	99,3	99,4
Benzolreinheit			
- Nichtaromaten	ppm	68	69
- Toluol	ppm	7	6
- Lösungsmittel	ppm	<1	<1

Beispiel 2:

Untersucht wurde die Gewinnung von Reinbenzol und Toluol  
 5 mit Nitrierqualität aus einem C<sub>7</sub>-Schnitt aus katalytischem Reformat. Das Aufgabegemisch hatte folgende Zusammensetzung:

	C <sub>5</sub> -Paraffine	18,70 Gew.-%
10	C <sub>5</sub> -Olefine	0,65 Gew.-%
	Cyclopentan	0,39 Gew.-%
	C <sub>6</sub> -Paraffine	2,13 Gew.-%
	C <sub>6</sub> -Olefine	0,01 Gew.-%
	Methycyclopentan	0,05 Gew.-%
15	Benzol	8,40 Gew.-%
	C <sub>7</sub> -Paraffine	14,75 Gew.-%
	C <sub>7</sub> -Olefine	0,10 Gew.-%
	C <sub>7</sub> -Naphthene	0,15 Gew.-%
	C <sub>8</sub> -Paraffine	0,70 Gew.-%
20	C <sub>8</sub> -Naphthene	0,04 Gew.-%
	Toluol	53,27 Gew.-%
	C <sub>8</sub> -Aromaten	0,63 Gew.-%
	C <sub>9</sub> -Paraffine	0,03 Gew.-%
25	Summe	100,00 Gew.-%

Als selektives Lösungsmittel in der Extraktivdestillation wurde N-Formylmorpholin verwendet. Die nachfolgende  
 30 Tabelle zeigt in einer vergleichenden Darstellung die Ergebnisse der Extraktivdestillation in der Anlage (I) nach dem Stand der Technik mit zwei Kolonnen und in der

erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne (II). Aufgetragen sind die Stoffströme, die Heizleistung sowie die Zusammensetzung des an der Produktleitung 124 bzw. 232 abgezogenen Aromatenproduktes. Bei nahezu identischen Werten für die Benzolausbeute, die Toluolausbeute und die Zusammensetzung des Aromatenproduktes ermöglicht die erfindungsgemäße Rektifizierkolonne eine deutliche Senkung der Heizleistung um 17,9 %.

Beispiel 2		I	II
Aufgabemenge	kg/h	5,59	5,59
Extraktionsmittelaufgabe	kg/h	14,00	14,00
Raffinatmenge (Leitung 103, 203)	kg/h	2,11	2,10
Raffinatrückfluß	kg/h	1,05	1,05
Produktmenge (Leitung 124, 232)	kg/h	3,49	3,48
Produktrückfluß	kg/h	0,77	0,79
Heizleistung für die Kolonne 101	W	556	
Heizleistung für die Stripperkolonne 102	W	707	
Summe Heizleistung für beide Kolonnen	W	1263	
Heizleistung für die erfindungsgemäße Kolonne 201	W		1037
Verringerung der Heizleistung bei Verwendung der erfindungsgemäße Rektifizierkolonne im Vergleich zur konventionellen Kolonenschaltung	%		17,9

In einer nachgeschalteten fraktionierenden Destillation kann das Reinaromatenprodukt in Reinbenzol und Toluol mit Nitrierqualität aufgetrennt werden.

Beispiel 3:

Untersucht wurde die Gewinnung von Reinbenzol aus einem  
 5 C<sub>6</sub>-Schnitt aus katalytischem Reformat. Das Aufgabegemisch  
 hatte folgende Zusammensetzung:

	C <sub>5</sub> -Paraffine	12,06 Gew.-%
	Cyclopentan	0,11 Gew.-%
10	C <sub>6</sub> -Paraffine	48,74 Gew.-%
	Methylcyclopentan	0,91 Gew.-%
	Benzol	28,53 Gew.-%
	Cyclohexan	0,69 Gew.-%
	C <sub>7</sub> -Paraffine	8,81 Gew.-%
15	Dimethylcyclopentane	0,09 Gew.-%
	1-Heptene	0,06 Gew.-%
	Toluol	20 ppm
<hr/>		
20	Summe	100,00 Gew.-%

Als selektives Lösungsmittel in der Extraktivdestillation wurde N-Formylmorpholin verwendet. Die nachfolgende Tabelle zeigt in einer vergleichenden Darstellung die Ergebnisse der Extraktivdestillation in einer Anlage (I) nach dem Stand der Technik mit zwei Kolonnen und in der erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne (II). Angegeben sind die Stoffströme, die Heizleistung, Benzolausbeute und Produktreinheit. Bei nahezu identischen Werten für die Produktausbeute und die Produktreinheit erfordert der Betrieb der erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne eine um 29,2 % deutlich kleinere Heizleistung im Vergleich zu der

Heizleistung der nach dem Stand der Technik ausgeführten Anlage.

Beispiel 3		I	II
Aufgabemenge	kg/h	5,21	5,20
Extraktionsmittelaufgabe	kg/h	11,98	12,00
Raffinatmenge (Leitung 103, 203)	kg/h	3,73	3,73
Raffinatrückfluß	kg/h	1,86	1,85
Produktmenge (Leitung 124, 232)	kg/h	1,48	1,50
Produktrückfluß	kg/h	1,92	0,28
Heizleistung für die Kolonne 101	W	725	
Heizleistung für die Stripperkolonne 102	W	495	
Summe Heizleistung für beide Kolonnen	W	1220	
Heizleistung für die erfindungsgemäße Kolonne 201	W		864
Verringerung der Heizleistung bei Verwendung der erfindungsgemäße Rektifizierkolonne im Vergleich zur konventionellen Kolonnen-schaltung	%		29,2
Benzolausbeute	%	99,5	99,5
Benzolreinheit			
- Nichtaromaten	ppm	4	6
- Toluol	ppm	8	70
- Lösungsmittel	ppm	<1	<1

## Patentansprüche:

1. Rektifizierkolonne für die Extraktivdestillation von eng- oder azeotrop siedenden Gemischen mit  
5 einem Kolonnenhauptabschnitt (204), der zwei parallel geschaltete Kammern (216, 217) aufweist,
- 10 einer Raffinatsektion (205) oberhalb des Kolonnenhauptabschnittes,
- 15 einer Verdampfungseinrichtung (208) am unteren Säulenende mit mindestens einem Verdampfer (209), einer Anordnung (210) am Kopf der Kolonne mit Raffinatabzug (211), Kondensator (212) und einer Einrichtung (213) für eine Teirlückführung des im Kondensator verflüssigten Raffinats,
- 20 einem Zulauf (214) zwischen dem Kolonnenhauptabschnitt (204) und der Raffinatsektion (205) für die Aufgabe eines zu trennenden Ausgangsgemisches und
- 25 einem Lösungsmittelzulauf an der Oberseite der Raffinatsektion für die Aufgabe von Extraktionsmittel,

wobei eine Kammer (216) des Kolonnenhauptabschnittes oberseitig und unterseitig offen ist, Einbauten (207) zur Verbesserung des Stoffaustausches enthält und als Abtriebsteil mit mehreren theoretischen Trennstufen für die 5 Abtrennung des Raffinats aus dem extraktionsmittelhaltigen Gemisch ausgelegt ist, wobei die andere Kammer (217) oberseitig gegenüber dem Innenraum der Kolonne geschlossen und unterseitig offen ist, Einbauten (207) zur Förderung des Stoffaustausches enthält und in einem 10 Raum oberhalb der Einbauten (207) Einrichtungen (218, 219) für den dampfförmigen Abzug eines im wesentlichen extraktionsmittelfreien Produktes sowie für den Rückfluß eines verflüssigten Produktteilstromes aufweist, und wobei der Kolonnensumpf (221) am unteren Säulenende durch 15 eine Einrichtung (223) zur Extraktionsmittelrückführung mit dem Lösungsmittelzulauf (215) verbunden ist, d a-  
d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, daß zwischen dem Kolonnensumpf (221) und dem Kolonnenhauptabschnitt (204) ein Kolonnenabtriebsteil (222) mit mehreren 20 theoretischen Trennstufen angeordnet ist, in dem von oben nach unten eine Aufkonzentrierung des Extraktionsmittels erfolgt, wobei unterhalb des Kolonnenhauptabschnittes (204) ein gasdurchlässiger Fangboden (231) angeordnet ist, dessen Flüssigkeitsablauf an einen Durchlauferhitzer 25 (230) zur Beheizung der aus den beiden Kammern (216, 217) des Kolonnenhauptabschnittes (204) ablaufenden Flüssigkeit angeschlossen ist, und wobei das aus dem Durchlauferhitzer (230) austretende erhitzte Gemisch unterhalb des Fangbodens (231) dem Abtriebsteil (222) der Kolonne 30 zuführbar ist.

2. Rektifizierkolonne nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Beheizung des Durchlauferhitzers (230) im Wärmeaustausch mit dem aus dem Kolonnensumpf (221) abgezogenen Extraktionsmittelstrom erfolgt.

5

3. Rektifizierkolonne nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Kolonnenhauptabschnitt (204) als zylindrischer Kolonnenschuß ausgebildet ist, der zwischen einem die Raffinatsektion (205) bildenden Kolonnenabschnitt und dem Kolonnenabtriebsteil (222) eingebaut ist und einen Einsatz (224) enthält, der die oberseitig geschlossene Kammer (217) bildet.

4. Rektifizierkolonne nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Einsatz (224) aus einer an den Mantel des Kolonnenschusses angeschlossenen, in Längsrichtung der Kolonne sich erstreckenden Trennwand (225) sowie einer Abdeckung (226), die an die Trennwand (225) und einen Mantelabschnitt des Kolonnenschusses angeschlossen ist, besteht.

5. Rektifizierkolonne nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen der Raffinatsektion (205) und dem Kolonnenhauptabschnitt (204) ein gasdurchlässiger Fangboden (227) für Flüssigkeit angeordnet ist, wobei an den Fangboden (227) ein Flüssigkeitsverteiler (228) angeschlossen ist, der die ablaufende Flüssigkeit auf die Einbauten (207) der oberseitig offenen Kammer (216) des Kolonnenhauptabschnittes (204) aufgibt.

30

6. Rektifizierkolonne nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß oberhalb der Raffinatzone (205) ein Kolonnenabschnitt (206) mit mehreren theoretischen Trennstufen zur Raffinatreinigung angeordnet ist, der sich von dem Lösungsmittelzulauf (215) bis zum Kopf der Kolonne erstreckt.

1/3

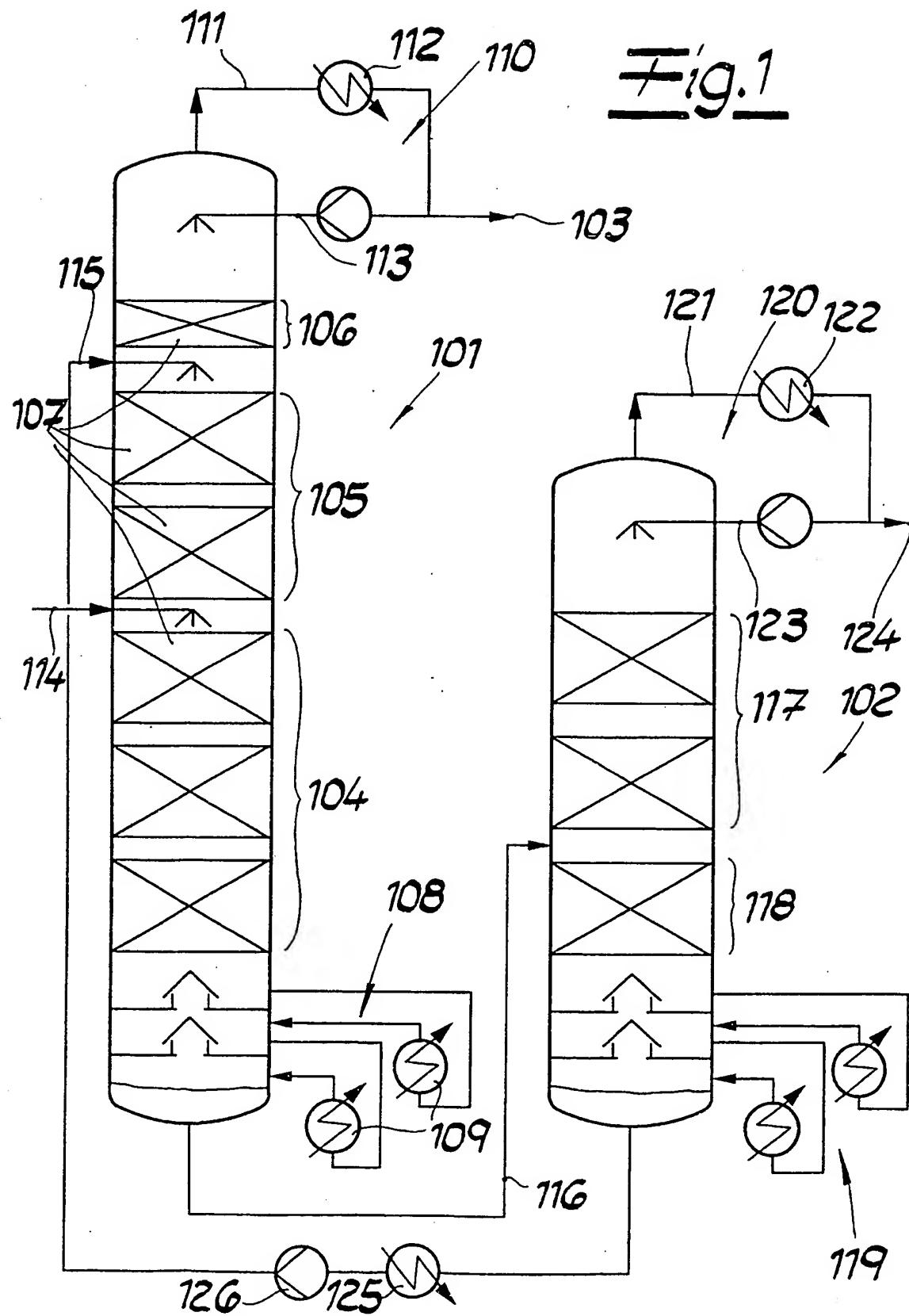


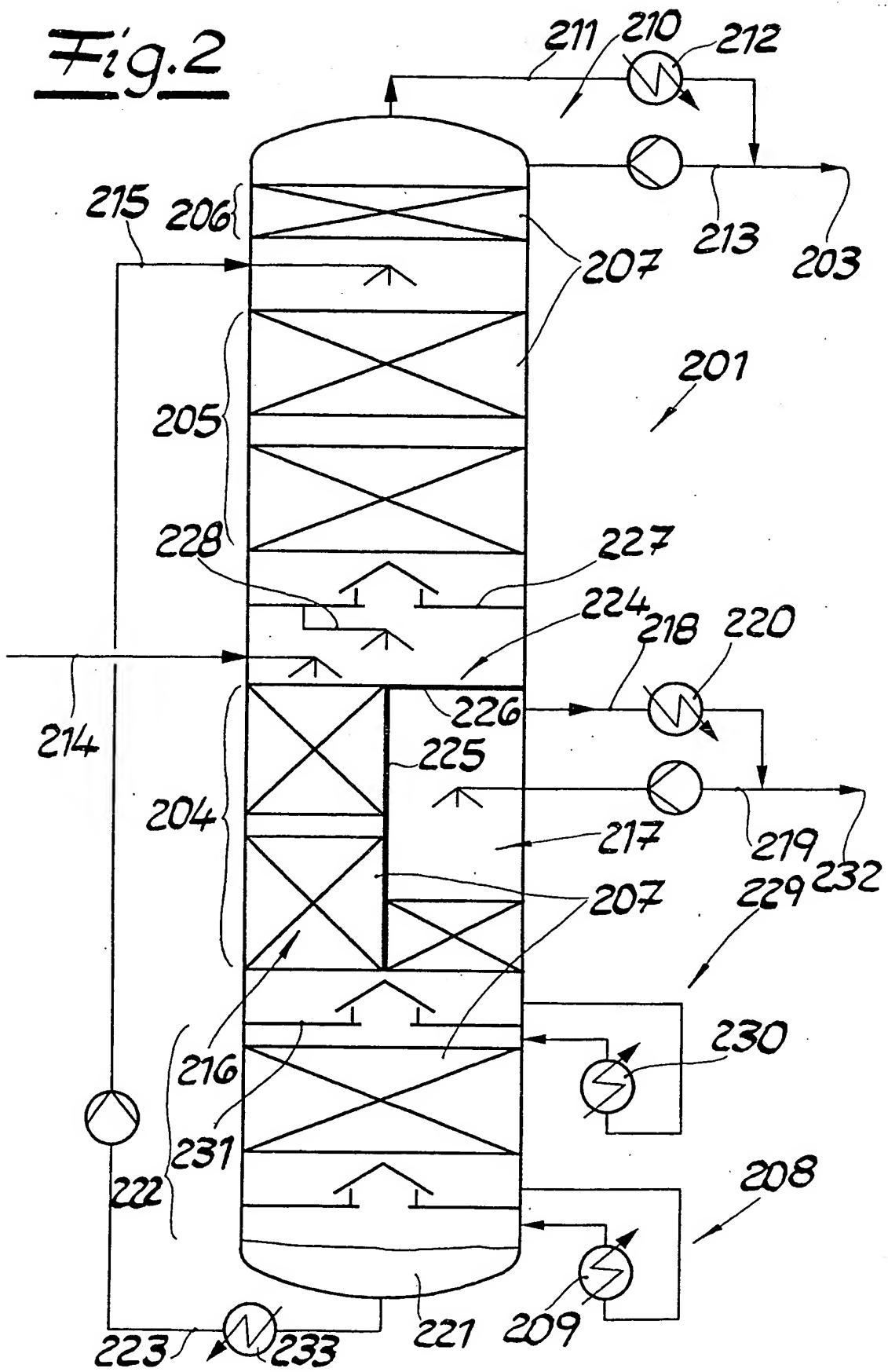
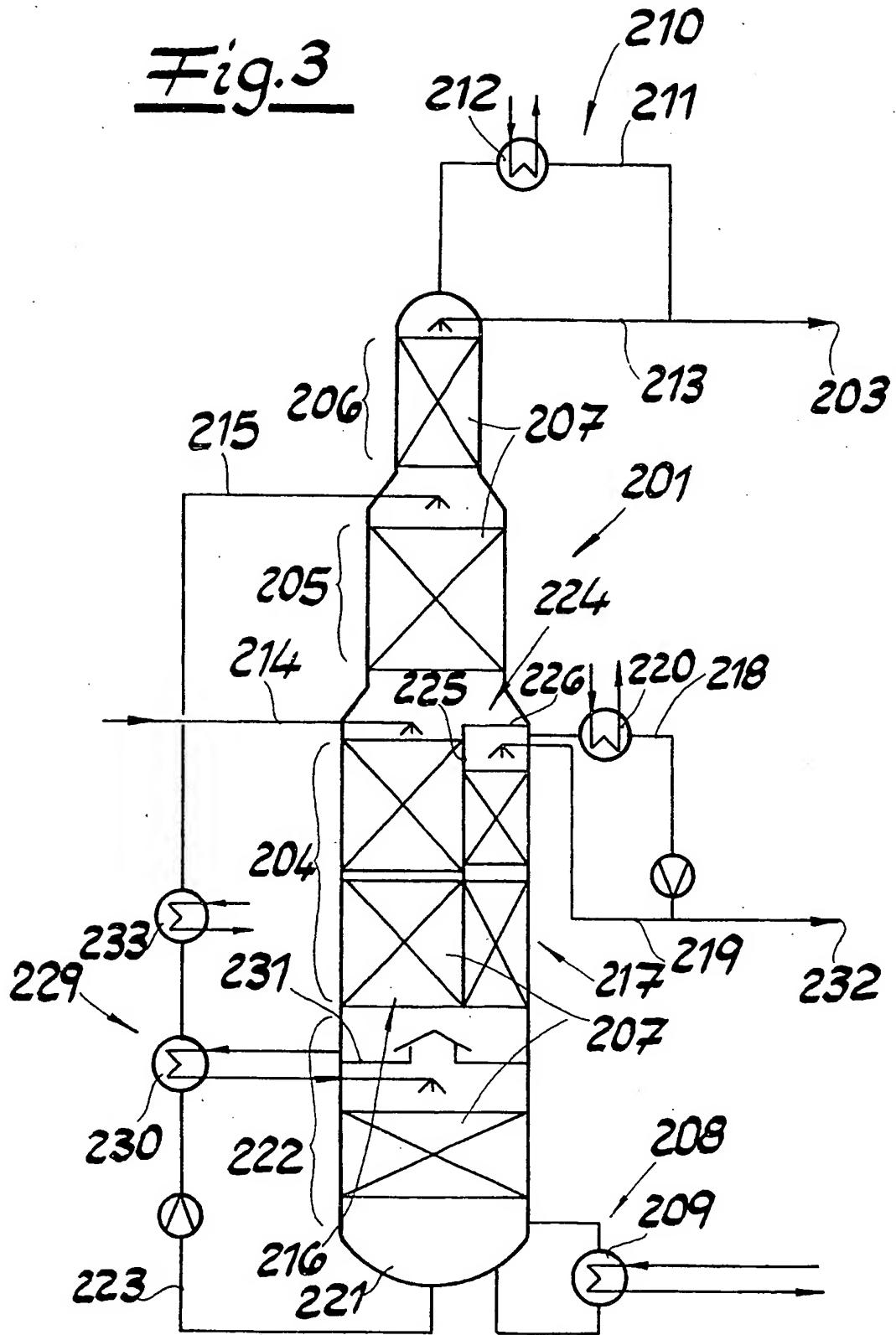
Fig.2

Fig. 3



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inte onal Application No  
PCT/EP 99/07285

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**  
IPC 7 B01D3/40 B01D3/36

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
IPC 7 B01D C07C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 0 684 060 A (BASF) 29 November 1995 (1995-11-29) claims; figures ---	1
A	EP 0 133 510 A (BASF) 27 February 1985 (1985-02-27) claims; figures & DE 33 27 952 A cited in the application ---	1
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 199, no. 803, 27 February 1998 (1998-02-27) & JP 09 299701 A (KYOWA YUKA KK; SUMITOMO HEAVY IND LTD), 25 November 1997 (1997-11-25) abstract ---	1 -/-

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

° Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

Date of mailing of the international search report

10 February 2000

21/02/2000

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl.  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Cordero Alvarez, M

1

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inte	onal Application No
PCT/EP 99/07285	

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 5 339 648 A (M.J.LOCKETT ET AL) 23 August 1994 (1994-08-23) claims; figures ----	1
A	DE 195 45 915 A (LINDE AG) 12 June 1997 (1997-06-12) claims; figure 3 ----	1
A	US 3 881 994 A (R.G.FICKEL) 6 May 1975 (1975-05-06) claims; figure ----	1
A	GB 1 075 208 A (PAN AMERICAN PETROLEUM CORPORATION) 12 July 1967 (1967-07-12) claims; figure 1 ----	1
A	US 3 412 016 A (R.G.GRAVEN) 19 November 1968 (1968-11-19) claim 1; figure ----	1
A	US 2 366 360 A (W.L.SEMON) 2 January 1945 (1945-01-02) figures -----	1

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 99/07285

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)		Publication date
EP 684060	A 29-11-1995	DE 4418488 A		30-11-1995
		AT 187350 T		15-12-1999
		DE 59507363 D		13-01-2000
		JP 8038802 A		13-02-1996
EP 133510	A 27-02-1985	DE 3327952 A		14-02-1985
		CA 1222717 A		09-06-1987
		JP 60075304 A		27-04-1985
JP 09299701	A 25-11-1997	NONE		
US 5339648	A 23-08-1994	BR 9402432 A		14-03-1995
		CA 2125893 A		06-02-1995
		CN 1099472 A		01-03-1995
		DE 69402274 D		30-04-1997
		DE 69402274 T		04-09-1997
		EP 0638778 A		15-02-1995
		ES 2099510 T		16-05-1997
		JP 7060003 A		07-03-1995
DE 19545915	A 12-06-1997	NONE		
US 3881994	A 06-05-1975	BR 7502197 A		10-02-1976
		CA 1057222 A		26-06-1979
		DE 2515282 A		16-10-1975
		ES 436431 A		01-01-1977
		FR 2267134 A		07-11-1975
		GB 1500519 A		08-02-1978
		IN 145047 A		19-08-1978
		IT 1037220 B		10-11-1979
		JP 50141577 A		14-11-1975
GB 1075208	A	NONE		
US 3412016	A 19-11-1968	NONE		
US 2366360	A 02-01-1945	NONE		

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 99/07285

A. KLASIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES  
IPK 7 B01D3/40 B01D3/36

Nach der internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

## B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)  
IPK 7 B01D C07C

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

## C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie <sup>3</sup>	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	EP 0 684 060 A (BASF) 29. November 1995 (1995-11-29) Ansprüche; Abbildungen ---	1
A	EP 0 133 510 A (BASF) 27. Februar 1985 (1985-02-27) Ansprüche; Abbildungen & DE 33 27 952 A in der Anmeldung erwähnt ---	1
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 199, no. 803, 27. Februar 1998 (1998-02-27) & JP 09 299701 A (KYOWA YUKA KK; SUMITOMO 'HEAVY IND LTD), 25. November 1997 (1997-11-25) Zusammenfassung --- -/-	1

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

Siehe Anhang Patentfamilie

• Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen "A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist "E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist "L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchebericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt) "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht "P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist	"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist "X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erforderlicher Tätigkeit beruhend betrachtet werden "Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht auf erforderlicher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist "&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist
--	--

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	Absendedatum des internationalen Rechercheberichts
10. Februar 2000	21/02/2000
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl. Fax: (+31-70) 340-3016	Bevollmächtigter Bediensteter Cordero Alvarez, M

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Inte	onales Aktenzeichen
PCT/EP 99/07285	

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie <sup>2</sup>	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	US 5 339 648 A (M.J.LOCKETT ET AL) 23. August 1994 (1994-08-23) Ansprüche; Abbildungen ----	1
A	DE 195 45 915 A (LINDE AG) 12. Juni 1997 (1997-06-12) Ansprüche; Abbildung 3 ----	1
A	US 3 881 994 A (R.G.FICKEL) 6. Mai 1975 (1975-05-06) Ansprüche; Abbildung ----	1
A	GB 1 075 208 A (PAN AMERICAN PETROLEUM CORPORATION) 12. Juli 1967 (1967-07-12) Ansprüche; Abbildung 1 ----	1
A	US 3 412 016 A (R.G.GRAVEN) 19. November 1968 (1968-11-19) Anspruch 1; Abbildung ----	1
A	US 2 366 360 A (W.L.SEMON) 2. Januar 1945 (1945-01-02) Abbildungen -----	1

**INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT**

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 99/07285

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
EP 684060	A	29-11-1995		DE 4418488 A		30-11-1995
				AT 187350 T		15-12-1999
				DE 59507363 D		13-01-2000
				JP 8038802 A		13-02-1996
EP 133510	A	27-02-1985		DE 3327952 A		14-02-1985
				CA 1222717 A		09-06-1987
				JP 60075304 A		27-04-1985
JP 09299701	A	25-11-1997		KEINE		
US 5339648	A	23-08-1994		BR 9402432 A		14-03-1995
				CA 2125893 A		06-02-1995
				CN 1099472 A		01-03-1995
				DE 69402274 D		30-04-1997
				DE 69402274 T		04-09-1997
				EP 0638778 A		15-02-1995
				ES 2099510 T		16-05-1997
				JP 7060003 A		07-03-1995
DE 19545915	A	12-06-1997		KEINE		
US 3881994	A	06-05-1975		BR 7502197 A		10-02-1976
				CA 1057222 A		26-06-1979
				DE 2515282 A		16-10-1975
				ES 436431 A		01-01-1975
				FR 2267134 A		07-11-1975
				GB 1500519 A		08-02-1975
				IN 145047 A		19-08-1975
				IT 1037220 B		10-11-1979
				JP 50141577 A		14-11-1975
GB 1075208	A			KEINE		
US 3412016	A	19-11-1968		KEINE		
US 2366360	A	02-01-1945		KEINE		